

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DAN PENETAPAN  
KADAR SILDENAFIL SITRAT DALAM SEDIAAN PERMEN  
KARET CINTA SECARA KLT-DENSITOMETRI**



**YULIANI SO  
2443010189**

**PROGRAM STUDI S1  
FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA  
2014**

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DAN  
PENETAPAN KADAR SILDENAFIL SITRAT DALAM SEDIAAN  
PERMEN KARET CINTA SECARA KLT-DENSITOMETRI**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan  
memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata 1  
di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

**OLEH:**

**YULIANI SO**

**2443010189**

Telah disetujui pada tanggal 23 Januari 2014 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I



Henry K.S., S.Si., M.Si., Apt

NIK. 241.97.0283

Pembimbing II



Senny Y. Esar, S.Si., M.Si., Apt

NIK. 241.01.0520

Mengetahui,

Ketua Penguji



(Dra. Hj. Emi Sukarti, M.Si., Apt)

NIK. 241.81.0081

## LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul: **Validasi Metode Identifikasi dan Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat dalam Sediaan Permen Karet Cinta Secara KLT-Densitometri** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu Digital Library Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 23 Januari 2014



Yuliani So

2443010189

**LEMBAR PERNYATAAN  
KARYA ILMIAH NON PLAGIAT**

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 23 Januari 2014



Yuliani So

2443010189

## ABSTRAK

### Validasi Metode Identifikasi dan Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat dalam Sediaan Permen Karet Cinta

Yuliani So  
2443010189

Sildenafil sitrat merupakan bahan kimia obat (BKO) yang dilarang oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) ditambahkan ke dalam permen karet cinta. Oleh sebab itu dilakukan penelitian tentang sildenafil sitrat dalam permen karet cinta. Metode yang digunakan adalah KLT-Densitometri, sedangkan plat KLT yang digunakan yaitu silika gel GF 254. Tahapan penelitian yaitu validasi metode yang meliputi selektifitas, linieritas, akurasi dan presisi, batas deteksi dan batas kuantitasi. Kemudian penelitian dilanjutkan dengan analisis sampel yang ada di pasaran. Hasil selektivitas menunjukkan fase gerak terpilih yaitu kloroform:metanol:amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah), dengan panjang gelombang maksimum yakni 310 nm. Metode memiliki linearitas yang baik dengan rentang 50-150%. Nilai koefisien variasi sildenafil sitrat memenuhi persyaratan untuk presisi yaitu <2%. Hasil perolehan kembali untuk sildenafil sitrat pada konsentrasi 80%, 100% dan 120% berturut-turut adalah 102,84%, 100,87%, dan 100,03%. Batas deteksi 30,33 µg/ml, batas kuantitasi 101,09 µg/ml. Berdasarkan hasil validasi, metode KLT-densitometri memenuhi persyaratan dimana dapat digunakan untuk mengidentifikasi sildenafil sitrat dalam permen karet cinta. Pada aplikasi sampel menunjukkan bahwa sampel permen karet cinta dengan merek "A", "B" dan "C" yang beredar di pasaran tidak terdeteksi adanya sildenafil sitrat.

**Kata Kunci:** KLT-Densitometri, permen karet cinta, sildenafil sitrat, validasi metode.

## ABSTRACT

### **Validation of TLC-Densitometry Method for Identification and Determination of Sildenafil Citrate in Sex Chewing Gum**

Yuliani So  
2443010189

Sildenafil citrate is a chemical drug which is forbidden by The National Agency of Drug and Food Control (NA-DFC) to be added to a sex chewing gum. Therefore, this research is conducted to validate TLC method for identification of sildenafil citrate in sex chewing gum. The method used was TLC-Densitometry, with TLC plate silica gel GF 254. The steps of research are selectivity, linearity, accuracy, precision, LOD and LOQ. Last step is analyzing 3 samples of sex chewing gum. The result of selectivity shows that chloroform:methanol:ammonia (70:2:5, v/v/v, undercoat) was a selective mobile phase, with maximum wavelength of 310 nm. This method has good linearities with range 50-150%. Coefficient of variation value of sildenafil citrate that eligible for precision is less than 2%. Recovery results for sildenafil citrate at concentration 80%, 100%, and 120% consecutively are 102.84%, 100.87%, and 100.03%. The Limit of Detection was 30.33 µg/ml and the Limit of Quantitation was 101.09 µg/ml. Results show that the method are requirement to identification of sildenafil citrate in sex chewing gum, and samples of sex chewing gum coded "A", "B", and "C" do not contain sildenafil citrate.

**Keywords:** TLC-densinometry, sex chewing gum , sildenafil citrate, method of validation.

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karuniaNya, sehingga skripsi dengan judul: “VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DAN PENETAPAN KADAR SILDENAFIL SITRAT DALAM SEDIAAN PERMEN KARET CINTA SECARA KLT-DENSITOMETRI” dapat terselesaikan.

Penyusunan skripsi ini dimaksudkan untuk memenuhi persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Dalam pembuatan skripsi ini, didapatkan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini dengan tulus saya ucapkan terima kasih kepada :

1. Henry Kurnia Setiawan, M.Si., Apt. dan Senny Y. Esar, M.Si., Apt. selaku Dosen Pembimbing I dan Dosen Pembimbing II yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
2. Dra. Emi Sukarti, M.Si., Apt. dan Drs. Marcellino Rudyanto, Ph.D., Apt. selaku Dosen Penguji yang telah banyak memberikan saran dan masukan untuk kesempurnaan skripsi ini.
3. Martha Ervina, S.Si., M.Si., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
4. Senny Y. Esar, M.Si., Apt selaku Pembimbing Akademik Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
5. Bapak dan Ibu Dosen Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah memberikan banyak ilmu pengetahuan.

6. Pihak Tata Usaha Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Kepala Laboratorium dan laboran Analisis Sediaan Farmasi dan Kimia Analisis yang telah memberikan ijin untuk menggunakan fasilitas laboratorium.
8. Bapak, Mama, kak Iwan, kak Ocha, yang telah memberikan bantuan moril maupun materil sehingga pendidikan Strata-1 di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya ini dapat terselesaikan.
9. Teman-teman Farmasi yang telah banyak membantu dan mendampingi sejak awal studi hingga selesainya skripsi ini.
10. Wiliam, kak Robin dan teman lainnya yang telah memberikan motivasi hingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Akhir kata diharapkan semua yang telah ditulis dalam skripsi ini dapat memberikan sumbangan dan masukan yang berarti bagi pembaca, khususnya masyarakat Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Surabaya, Januari 2014

Penulis



## DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT.....	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR LAMPIRAN .....	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
BAB	
1. PENDAHULUAN.....	1
2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Tinjauan tentang Permen Karet.....	5
2.1.1. Komposisi Permen Karet.....	5
2.1.2. Manfaat Mengunyah Permen Karet.....	6
2.1.3. Kerugian Mengunyah Permen Karet .....	6
2.2. Tinjauan tentang Sildenafil Sitrat.....	7
2.2.1. Sifat Fisika Kimia.....	7
2.2.2. Mekanisme Kerja.....	8
2.2.3. Farmakokinetik dan Farmakodinamik .....	9
2.2.4. Efek Samping .....	9
2.3. Tinjauan tentang Kromatografi Lapis Tipis .....	10
2.3.1. Fase Diam (Penjerap) .....	10
2.3.2. Fase Gerak.....	11
2.3.3. Pengembangan .....	11

	Halaman
2.3.4. Deteksi.....	12
2.4. Tinjauan tentang Densitometri .....	13
2.4.1. Prinsip Pengukuran Densitometer .....	13
2.4.2. Analisis Kualitatif Menggunakan Densitometer .....	16
2.4.3. Analisis Kuantitatif Menggunakan Densitometer .....	17
2.5. Tinjauan tentang Metode Validasi pada Analisis Kimia .....	17
2.5.1. Selektifitas dan Spesifisitas .....	18
2.5.2. Linieritas.....	19
2.5.3. Akurasi/Kecermatan .....	20
2.5.4. Presisi/Keseksamaan .....	21
2.5.5. Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) .....	22
3. METODOLOGI PENELITIAN .....	23
3.1. Bahan dan Alat .....	23
3.1.1. Sampel.....	23
3.1.2. Bahan Kimia.....	23
3.1.3. Alat .....	23
3.2. Metode Penelitian.....	23
3.3. Rancangan Penelitian .....	24
3.3.1. Penyiapan Larutan Sildenafil Sitrat.....	24
3.3.2. Penyiapan Matriks Sampel .....	24
3.3.3. Penyiapan Fase Gerak .....	24
3.3.4. Proses Ekstraksi Sampel.....	24
3.3.5. Penentuan Selektivitas.....	25
3.3.6. Penentuan Linieritas .....	25
3.3.7. Penentuan Akurasi dan Presisi.....	26
3.3.8. Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) .....	26

	Halaman
3.3.9. Aplikasi Metode pada Sampel Permen Karet Cinta.....	27
3.4. Analisis Data .....	27
3.4.1. Perhitungan Selektivitas .....	27
3.4.2. Perhitungan Linieritas.....	28
3.4.3. Perhitungan Ketepatan dan Ketelitian .....	29
3.4.4. Perhitungan LOD dan LOQ.....	30
3.5. Hipotesis Uji Statisti.....	31
3.5.1. Linieritas .....	31
3.5.2. Akurasi .....	31
3.6. Skema Kerja .....	31
4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN .....	32
4.1. Uji Selektivitas .....	32
4.2. Pemilihan Panjang Gelombang .....	35
4.3. Uji Linieritas .....	36
4.4. Uji Akurasi dan Presisi.....	38
4.5. Uji Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) .....	40
4.6. Identifikasi Sildenafil Sitrat pada Beberapa Sampel Permen Karet Cinta yang Beredar di Pasaran .....	42
4.7. Pembahasan dan Interpretasi Data.....	44
5. KESIMPULAN DAN SARAN .....	48
5.1. Kesimpulan .....	48
5.2. Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA .....	49
LAMPIRAN .....	52

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	Halaman
A Contoh Perhitungan Retardation Factor (Rf) .....	52
B Perhitungan Harga F yang dihasilkan pada Uji Linieritas Sildenafil Sitrat dengan tiga kali replikasi.....	53
C Contoh Perhitungan % Perolehan Kembali Sildenafil sitrat, SD, KV & Perhitungan T hitung Manual.....	56
D Contoh Perhitungan LOD dan LOQ Sildenafil Sitrat.....	59
E Densitogram Hasil Eluasi dengan Fase Gerak Kloroform : Metanol : Asam asetat glasial (70 : 2 : 0,2, v/v/v, lapisan bawah).....	60
F Densitogram Hasil Eluasi dengan Fase Gerak Metanol : Etil asetat : Ammonium hidroksida (2 : 8 : 1).....	61
G Daftar Nilai R.....	62
H Daftar Nilai F.....	63
I Daftar Nilai T.....	64
J Data Penimbangan.....	65

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Parameter Validasi Metode Analisis Kuantitatif.....	18
4.1. Harga Faktor Retardasi (Rf) dari Sildenafil Sitrat dengan Menggunakan 3 Macam Fase Gerak.....	32
4.2. Hasil Uji Linieritas (Hari Pertama).....	36
4.3. Hasil Uji Linieritas (Hari Kedua) .....	37
4.4. Hasil Uji Linieritas (Hari Ketiga) .....	37
4.5. Hasil Uji Akurasi dan Presisi dari Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat dengan Kadar 80%.....	39
4.6. Hasil Uji Akurasi dan Presisi dari Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat dengan Kadar 100%.....	39
4.7. Hasil Uji Akurasi dan Presisi dari Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat dengan Kadar 120%.....	40
4.8. Hasil Uji LOD dan LOQ.....	41

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur molekul sildenafil sitrat.....	8
2.2. Diagram TLC <i>Scanner Absorbance Mode</i> .....	14
2.3. Diagram TLC <i>Scanner Fluorescence Mode</i> .....	15
4.1. Hasil eluasi matriks menggunakan fase gerak kloroform:metanol:asam asetat glasial (70:2:0,2, v/v/v, lapisan bawah).....	33
4.2. Hasil eluasi matriks permen karet menggunakan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah).....	33
4.3. Hasil eluasi matriks permen karet menggunakan fase gerak metanol:etil asetat: ammonium hidroksida (2:8:1) .....	34
4.4. Densitogram hasil eluasi sildenafil sitrat tunggal dengan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v lapisan bawah).....	34
4.5. Densitogram hasil eluasi matriks permen karet dengan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah).....	35
4.6. Densitogram hasil eluasi campuran sildenafil sitrat dan matriks permen karet dengan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah) .....	35
4.7. Hasil scanning spektrum sildenafil sitrat dengan panjang gelombang 310 nm.....	36
4.8. Kurva baku Linieritas.....	38
4.9. Kurva baku LOD dan LOQ.....	41
4.10. Hasil eluasi 3 sampel yang beredar di pasaran menggunakan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah).....	42

Gambar		Halaman
4.11.	Densitogram hasil eluasi sampel permen karet cinta merek “A” dengan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah) .....	43
4.12.	Densitogram hasil eluasi sampel permen karet cinta merek “B” dengan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah) .....	43
4.13.	Densitogram hasil eluasi sampel permen karet cinta merek “C” dengan fase gerak kloroform:metanol: amoniak (70:2:5, v/v/v, lapisan bawah) .....	44